

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **2000-123354**(43)Date of publication of application : **28.04.2000/**

(51)Int.Cl.

G11B 5/738  
C01G 49/06(21)Application number : **10-297876**(71)Applicant : **TODA KOGYO CORP**(22)Date of filing : **20.10.1998**(72)Inventor : **HAYASHI KAZUYUKI  
IWASAKI KEISUKE  
MORII HIROKO****(54) PARTICULATE POWDER FOR NONMAGNETIC UNDERLAYER OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM,  
ITS PRODUCTION AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM**

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an acicular hematite particulate powder excellent in dispersibility in a binder resin, having  $\leq 50$  ppm total sodium content and suitable for the nonmagnetic underlayer of a magnetic recording medium.

SOLUTION: The acicular hematite particulate powder has  $\leq 0.3$   $\mu\text{m}$  average major axis length, a geometric standard deviation of the major axis length of  $\leq 1.50$ ,  $\geq 40$   $\text{m}^2/\text{g}$  BET specific surface area and  $\leq 50$  ppm total sodium content (expressed in terms of Na). The surface of the acicular hematite particles is coated with at least one compound selected from the group consisting of the hydroxides and oxides of aluminum and the hydroxides and oxides of silicon.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

12.08.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

JP-A-2000-123354

published on April 28, 2000

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-123354

(P2000-123354A)

(43) 公開日 平成12年4月28日 (2000. 4. 28)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード* (参考)
G 1 1 B 5/738		G 1 1 B 5/704	U 4 G 0 0 2
C 0 1 G 49/06		C 0 1 G 49/06	B 5 D 0 0 6

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 29 頁)

(21) 出願番号	特願平10-297876	(71) 出願人	000166443 戸田工業株式会社 広島県広島市西区横川新町7番1号
(22) 出願日	平成10年10月20日 (1998. 10. 20)	(72) 発明者	林 一之 広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸 田工業株式会社創造センター内
		(72) 発明者	岩崎 敬介 広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸 田工業株式会社創造センター内
		(74) 代理人	100076820 弁理士 伊丹 健次

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末及びその製造法並びに磁気記録媒体

(57) 【要約】

【課題】 結合剤樹脂中における分散性が優れており、しかも、全ナトリウム含有量が50ppm以下である、磁気記録媒体の非磁性下地層用に好適な針状ヘマタイト粒子粉末を提供する。

【解決手段】 平均長軸径が0.3μm以下、長軸径の幾何標準偏差値が1.50以下、BET比表面積値が40m<sup>2</sup>/g以上であって、粒子中の全ナトリウム含有量がNa換算で50ppm以下である針状ヘマタイト粒子粉末からなる磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均長軸径が $0.3\mu\text{m}$ 以下、長軸径の幾何標準偏差値が $1.50$ 以下、BET比表面積値が $40\text{m}^2/\text{g}$ 以上であって、粒子中の全ナトリウム含有量がNa換算で $50\text{ppm}$ 以下である針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末。

【請求項2】 針状ヘマタイト粒子表面がアルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物よりなる群から選ばれた少なくとも1種で被覆されている請求項1記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末。

【請求項3】 BET法により測定した比表面積値 $S_{\text{BET}}$ 値と電子顕微鏡写真の粒子から計測された長軸径及び短軸径から算出した表面積値 $S_{\text{TEM}}$ 値との比 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$ 値が $0.5\sim 2.5$ である請求項1又は2記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末。

【請求項4】 粒子表面が焼結防止剤で被覆処理されている針状ヘマタイト粒子を脱水して針状ヘマタイト粒子とした後、還元性雰囲気下 $250\sim 600^\circ\text{C}$ の温度で還元処理して針状マグネタイト粒子を得、この粒子を水洗した後乾燥し、次いで、酸化性雰囲気下 $650\sim 850^\circ\text{C}$ の温度で酸化処理して得られる高密度化された針状ヘマタイト粒子を再度水洗した後乾燥することを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末の製造法。

【請求項5】 針状ヘマタイト粒子を脱水して針状ヘマタイト粒子を得、この粒子表面を焼結防止剤で処理した後、還元性雰囲気下 $250\sim 600^\circ\text{C}$ の温度で還元処理して針状マグネタイト粒子を得、この粒子を水洗した後乾燥し、次いで、酸化性雰囲気下 $650\sim 850^\circ\text{C}$ の温度で酸化処理して得られる高密度化された針状ヘマタイト粒子を再度水洗した後乾燥することを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末の製造法。

【請求項6】 水洗の前に粒子の湿式粉碎を行う請求項4又は5記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末の製造法。

【請求項7】 請求項4又は5記載の高密度化された針状ヘマタイト粒子を、アルミニウム化合物、ケイ素化合物または当該両化合物を含む水溶液で処理して前記針状ヘマタイト粒子の粒子表面にアルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物よりなる群から選ばれた少なくとも1種を被覆することを特徴とする請求項2又は3記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末の製造法。

【請求項8】 非磁性支持体、該非磁性支持体上に形成される非磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる非磁性下地層及び該非磁性下地層の上に形成される磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる磁気記録層からなる磁気記録媒

体において、前記非磁性粒子粉末が請求項1～3のいずれか1項に記載の非磁性下地層用粒子粉末であることを特徴とする磁気記録媒体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、磁気記録媒体の非磁性下地層用に好適な針状ヘマタイト粒子粉末に関し、更に詳しくは、結合剤樹脂中における分散性が優れており、しかも、全ナトリウム含有量が $50\text{ppm}$ 以下である針状ヘマタイト粒子粉末及びその製造法並びに該粒子粉末を用いた磁気記録媒体に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】近年、ビデオ用、オーディオ用等の磁気記録再生用機器の長時間記録化、小型軽量化が進むにつれて、磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体に対する高性能化、即ち、高密度記録化、高出力特性及び低ノイズ化等の要求が益々強まっている。

【0003】殊に、オーディオテープやビデオテープ等のより一層の高密度記録化は常に望まれており、従来のビデオテープ等と比べ、記録されるキャリアー信号は短波長領域に移行する傾向にある。

【0004】ところで、記録波長が短波長になるほど自己減磁作用の影響を受けやすくなるため、磁気テープの高密度化のためには、磁気記録層を薄層化して、自己減磁作用の影響を低減する必要がある。この事実は、例えば、株式会社総合技術センター発行「磁性材料の開発と磁粉の高分散化技術」（1982年）第312頁の「…塗布型テープにおける高密度記録のための条件は、短波長信号に対して、低ノイズで高出力特性を保持できることであるが、そのためには保磁力 $H_c$ と残留磁化 $B_r$ が…共に大きいことと塗布膜の厚みがより薄いことが必要である。…」なる記載の通りである。

【0005】そこで、非磁性支持体上にヘマタイト粒子等の非磁性粒子粉末を結合剤中に分散させてなる非磁性下地層を少なくとも一層設けることにより、上層の磁気記録層を薄層化して自己減磁作用を低減するとともに、表面性の悪化や電磁変換特性を劣化させる等の問題を解決することが提案され、実用化されている（特公平6-93297号公報、特開昭62-159338号公報、特開昭63-187418号公報、特開平4-167225号公報、特開平4-325915号公報、特開平5-73882号公報、特開平5-182177号公報、特開平5-347017号公報、特開平6-60362号公報等）。

【0006】また、ビデオ用、オーディオ用等の磁気記録再生用機器の長時間記録化、小型軽量化が進むにつれて、磁気記録媒体が使用及び保管される環境は多様化しており、通常環境における保存安定性はもちろん、高温高湿下においても優れた保存安定性が要求される。

【0007】磁気記録媒体の電磁変換特性、保存安定性

及び塗料の分散安定性を低下させる一因として、磁気記録媒体中に含有されている可溶性のアルカリ金属、殊に可溶性のナトリウムの含有量が多いことが指摘されている。

【0008】例えば、特開平9-22524号公報の第3頁第3欄14～20行には、「……遊離の脂肪酸が多くなって、かつ非磁性粉末の水溶性Na量、水溶性のCa量が多いと脂肪酸Ca塩、脂肪酸Na塩となって析出しやすく、出力やC/Nなどの電磁変換性に悪影響を及ぼしやすくなるが、これらを特定量以下とすることにより、これら電磁変換特性の劣化もなく、すぐれた保存性、低い摩擦係数が得られる。」と記載され、また特開昭62-209806号公報の第2頁左上欄3～19行には、「……残留Na<sup>+</sup>が磁性塗膜の品質に大きな影響を与えることが判ってきた。その代表的例として、高温高湿環境下に於ける磁気テープのいわゆる“潮吹き現象”がある。即ち、塩ビ系の樹脂をバインダーの一部として用いた場合、磁性層表面にNaClの結晶が析出し、これがD.O.（ドロップアウト）の原因となり、磁気テープの品質を著しく損わせる結果となる。又、ビデオテープの特性項目の一つである“ブロッキング”（高温高湿下で、ビデオテープがビデオデッキにローディングしたまま、停電などにより走行ストップをした時に、磁性層がビデオデッキの上シリンダーに付着したままとなり、結果的に磁性層が一部剥離する現象）の誘因にもなっていることを示すデータもあり、磁性粉中の残留Na<sup>+</sup>を減少させることは長年の課題となっている。」と記載され、更には、特許第2641662号公報の第2頁第3欄38行～同頁第4欄14行には、「……脂肪酸はカーボンブラックの不純物であるナトリウム、カリウムなどのアルカリ金属と反応し脂肪酸金属塩を生成する。……この脂肪酸金属塩は有機溶剤に不溶であり、……脂肪酸金属塩の粉末が磁性層表面に付着してドロップアウトの原因となる。……有機溶剤の分解量はカーボンブラックの不純物であるNa、K等のアルカリ金属の含有量にも比例する。……この有機溶剤の分解物は無機微粒子充填剤の表面への結合剤樹脂の吸着性を低下させ塗膜の機械的強度を低下させる。また塗料としての保存特性が悪くなる。」と記載されている。

【0009】従来より、磁気記録媒体中、あるいは磁気記録媒体中に添加されている非磁性粒子粉末や磁性粒子粉末に含有される可溶性ナトリウム塩を低減することにより、磁気記録媒体の保存安定性を図る試みが報告されている（特開昭62-209726号公報、特開昭62-209806号公報、特公平7-82638号公報、特開平9-22524号公報、特開平9-147350号公報、特開平9-231546号公報、特開平9-170003号公報、特開平10-177714号公報、特開平10-198948号公報、特許第2641662号公報等）。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】非磁性粒子をビヒクル中に分散させて得られた非磁性下地層の上に磁気記録層を設けた場合に、平滑で厚みむらのない薄層の磁気記録層を得ることができ、しかも、電磁変換特性及び保存安定性に優れた磁気記録媒体を得ることのできる非磁性下地層用非磁性粒子粉末は、現在最も要求されているところであるが、このような非磁性粒子粉末は未だ得られていない。

10 【0011】即ち、前出特開平9-147350号公報には、非磁性層中に含有される非磁性粉末のアルカリ金属の含有量が1500ppm未満であることが記載されているが、後出比較例に示す通り、非磁性粒子粉末がアルカリ金属を1500ppm程度含有している場合、樹脂脱着率が高いためにビヒクル中での分散性が悪く、該非磁性粒子粉末を磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として用いて得られた磁気記録媒体は、塗膜強度が弱く、また、保存性も十分とはいえないものである。また、該公報の本文中記載のアルカリ金属含有量が1500ppm未満の非磁性粒子粉末の製造法として、製造時に用いるアルカリ水溶液として、アンモニア水溶液、等のアルカリ金属を含まないものを用いる方法、及び、製造終了後又は最終の加熱処理を行う前に、十分に洗浄する方法、が挙げられている。しかし、これらの製造法で得られる非磁性粒子粉末は該公報に記載の如く全ナトリウム含有量が100ppm程度までしか低減できず、該非磁性粒子粉末を磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として用いた場合、磁気記録媒体の保存性は十分とはいえないものであり、これらの製造法では非磁性粒子粉末中に含有される全ナトリウム含有量を50ppm以下にすることは工業的に困難である。

30 【0012】また、前出特開平9-22524号公報及び特開平9-170003号公報等には、非磁性層中に含有される非磁性粉末の可溶性ナトリウム含有量が0～150ppmまたは300ppm以下であることが記載されているが、後出比較例に示す通り、上記公報記載の方法では非磁性粒子粉末の可溶性ナトリウムは45ppm程度にまでは減らせても、粒子内部に含有されている難溶性のナトリウムは300ppm程度残存しており、この難溶性のナトリウム分が空気中あるいは塗膜中の水分によって可溶性ナトリウム塩となって析出してくるため、該非磁性粒子粉末を磁気記録媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として用いた場合、磁気記録媒体の保存性は十分とはいえないものである。

40 【0013】そこで、本発明は、非磁性粒子をビヒクル中に分散させて得られた非磁性下地層の上に磁気記録層を設けた場合に、平滑で厚みむらのない薄層の磁気記録層を得ることができ、しかも、電磁変換特性及び保存安定性に優れた磁気記録媒体を得ることのできる非磁性下地層用粒子粉末を得ることを技術的課題とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】前記技術的課題は、以下に記載する本発明によって達成できる。

【0015】即ち、本発明は、平均長軸径が $0.3\mu\text{m}$ 以下、長軸径の幾何標準偏差値が $1.50$ 以下、BET比表面積値が $40\text{m}^2/\text{g}$ 以上であって、粒子中の全ナトリウム含有量がNa換算で $50\text{ppm}$ 以下である針状ヘマタイト粒子粉末からなることを特徴とする磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末を内容とする（請求項1）。好ましい態様としては、針状ヘマタイト粒子表面がアルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物よりなる群から選ばれた少なくとも1種で被覆されている請求項1記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末である（請求項2）。また好ましい態様としては、BET法により測定した比表面積値 $S_{\text{BET}}$ 値と電子顕微鏡写真の粒子から計測された長軸径及び短軸径から算出した表面積値 $S_{\text{TEM}}$ 値との比 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEM}}$ 値が $0.5\sim 2.5$ である請求項1又は2記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末である（請求項3）。

【0016】また、上記非磁性下地層用粒子粉末を製造するための本発明は、粒子表面が焼結防止剤で被覆処理されている針状ヘマタイト粒子を脱水して針状ヘマタイト粒子とした後、還元性雰囲気下 $250\sim 600^\circ\text{C}$ の温度で還元処理して針状マグネタイト粒子を得、この粒子を水洗した後乾燥し、次いで、酸化性雰囲気下 $650\sim 850^\circ\text{C}$ の温度で酸化処理して得られる高密度化された針状ヘマタイト粒子を再度水洗した後乾燥することを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末の製造法を内容とする（請求項4）。また、上記非磁性下地層用粒子粉末を製造するための本発明は、針状ヘマタイト粒子を脱水して針状ヘマタイト粒子を得、この粒子表面を焼結防止剤で処理した後、還元性雰囲気下 $250\sim 600^\circ\text{C}$ の温度で還元処理して針状マグネタイト粒子を得、この粒子を水洗した後乾燥し、次いで、酸化性雰囲気下 $650\sim 850^\circ\text{C}$ の温度で酸化処理して得られる高密度化された針状ヘマタイト粒子を再度水洗した後乾燥することを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末の製造法を内容とする（請求項5）。好ましい態様としては、水洗の前に粒子の湿式粉碎を行う請求項4又は5記載の磁気記録媒体の非磁性下地層用粒子粉末の製造法である（請求項6）。また好ましい態様としては、請求項4又は5記載の高密度化された針状ヘマタイト粒子を、アルミニウム化合物、ケイ素化合物または当該両化合物を含む水溶液で処理して前記針状ヘマタイト粒子の粒子表面にアルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物よりなる群から選ばれた少なくとも1種を被覆することを特徴とする請求項2又は3記載の磁気記

録媒体の非磁性下地層用粒子粉末の製造法である（請求項7）。

【0017】また、上記非磁性下地層用粒子粉末を用いた本発明は、非磁性支持体、該非磁性支持体上に形成される非磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる非磁性下地層及び該非磁性下地層の上に形成される磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる磁気記録層からなる磁気記録媒体において、前記非磁性粒子粉末が請求項1～3のいずれか1項に記載の非磁性下地層用粒子粉末であることを特徴とする磁気記録媒体を内容とする（請求項8）。

【0018】本発明の構成をより詳しく説明すれば、次の通りである。

【0019】先ず、本発明に係る非磁性下地層用粒子粉末について述べる。

【0020】本発明に係る非磁性下地層用粒子粉末は、平均長軸径が $0.3\mu\text{m}$ 以下、長軸径の幾何標準偏差値が $1.50$ 以下、BET比表面積値が $40\text{m}^2/\text{g}$ 以上であって、全ナトリウム含有量がNa換算で $50\text{ppm}$ 以下である針状ヘマタイト粒子粉末からなる。

【0021】ここで、針状ヘマタイト粒子粉末の「針状」とは、文字どおりの針状はもちろん、紡錘状や米粒状などを含む。

【0022】針状ヘマタイト粒子の平均長軸径は $0.3\mu\text{m}$ 以下であり、好ましくは $0.005\sim 0.3\mu\text{m}$ である。平均長軸径が $0.005\mu\text{m}$ 未満の場合には、粒子の微粒子化による分子間力の増大により、非磁性塗料の製造時におけるビヒクル中への分散が困難となる傾向がある。平均長軸径が $0.3\mu\text{m}$ を越える場合には、粒子の大粒子化に伴い塗膜の表面平滑性が損なわれやすい。ビヒクル中における分散性及び塗膜の表面平滑性を考慮すれば、平均長軸径は $0.02\sim 0.2\mu\text{m}$ がより好ましい。

【0023】針状ヘマタイト粒子の長軸径の幾何標準偏差値は $1.50$ 以下である。長軸径の幾何標準偏差値が $1.5$ を越える場合には、存在する粗大粒子が塗膜の表面平滑性に悪影響を与える。塗膜の表面平滑性を考慮すれば、長軸径の幾何標準偏差値は、好ましくは $1.40$ 以下、より好ましくは $1.35$ 以下である。工業的な生産性を考慮すれば、長軸径の幾何標準偏差値の下限値は $1.01$ 程度である。

【0024】針状ヘマタイト粒子のBET比表面積値は $40\text{m}^2/\text{g}$ 以上であり、好ましくは $40\sim 150\text{m}^2/\text{g}$ である。上記平均長軸径の上限値及び下限値と同様の理由により、 $45\sim 100\text{m}^2/\text{g}$ がより好ましく、更に好ましくは $50\sim 80\text{m}^2/\text{g}$ である。

【0025】針状ヘマタイト粒子の全ナトリウム含有量はNa換算で $50\text{ppm}$ 以下である。 $50\text{ppm}$ を越える場合には、空気中や塗膜中の水分等によって、粒子内部に含有されている難溶性のナトリウム塩が可溶性ナトリウム塩となって粒子表面に析出してくるため、塗膜中

に添加されている脂肪酸と可溶性ナトリウム塩が反応することによって脂肪酸金属塩が生成し、得られた磁気記録媒体の電磁変換特性を徐々に低下させることにより、保存安定性が悪いものとなる。また、ビヒクル中における針状ヘマタイト粒子の分散特性が害されやすくなったり、磁気記録媒体の保存状態、特に湿度の高い環境下においては白華現象を生じる場合がある。得られる磁気記録媒体の保存安定性を考慮すると、針状ヘマタイト粒子の全ナトリウム含有量はNa換算で好ましくは45ppm以下、より好ましくは40ppm以下、更により好ましくは35ppm以下である。生産性等の工業性を考慮すれば、その下限値は0.01ppm程度である。

【0026】針状ヘマタイト粒子の保存安定性（温度60℃、相対湿度90%の環境下、14日間静置後の針状ヘマタイト粒子の可溶性ナトリウム塩含有量）は、Na換算で40ppm以下が好ましい。40ppmを超える場合には、塗膜中に添加されている脂肪酸と可溶性ナトリウム塩が反応することによって脂肪酸金属塩が生成し、得られた磁気記録媒体の電磁変換特性を徐々に低下させることにより、保存安定性が悪くなる傾向がある。また、特に湿度の高い環境下においては磁気記録媒体表面に白華現象を生じる場合がある。得られる磁気記録媒体の保存安定性を考慮すると、針状ヘマタイト粒子の保存安定性は、Na換算で好ましくは35ppm以下、より好ましくは30ppm以下、更により好ましくは25ppm以下である。生産性等の工業性を考慮すれば、その下限値は0.01ppm程度である。

【0027】針状ヘマタイト粒子は、平均短軸径が0.0025～0.15μm、軸比（平均長軸径と平均短軸径の比）（以下、「軸比」という。）は2以上が好ましい。

【0028】平均短軸径は上記平均長軸径の上限値及び下限値と同様の理由により、0.01～0.10μmがより好ましい。

【0029】軸比の上限値は20が好ましい。20を超える場合には、非磁性塗料とした時にビヒクル中での粒子の絡み合いが多くなり、分散性が悪くなったり粘度が増加することがある。軸比が2未満の場合には、得られる塗膜のスティフネスが十分とはいえない。非磁性塗料とした時のビヒクル中での分散性及び得られた塗膜のスティフネスを考慮すれば、軸比は3～10の範囲がより好ましい。

【0030】針状ヘマタイト粒子は、密度化の程度が高いものが好ましく、密度化の程度をBET法により測定した比表面積値 $S_{BET}$ 値と電子顕微鏡写真に示されている粒子から計測された長軸径及び短軸径から算出した比表面積値 $S_{TEM}$ 値との比 $S_{BET}/S_{TEM}$ 値で示した場合、0.5～2.5を有しているものが好ましい。

【0031】 $S_{BET}/S_{TEM}$ 値が0.5未満の場合には、針状ヘマタイト粒子粉末の高密度化は達成されては

いるが、粒子及び粒子間相互の焼結により粒子径が増大しており、十分な表面平滑性を有した塗膜を得ることができない。 $S_{BET}/S_{TEM}$ 値が2.5を超える場合には、高密度化が十分ではなく、粒子内部及び粒子表面に多数のポアが存在し、ビヒクル中における分散性が不十分となる。非磁性塗料とした時のビヒクル中における分散性及び塗膜の表面平滑性を考慮すると $S_{BET}/S_{TEM}$ 値は0.7～2.0が好ましく、より好ましくは0.8～1.6である。

【0032】針状ヘマタイト粒子は、樹脂脱着率が低いものであり、後述する樹脂脱着率の測定方法により得られた値で示した場合、30%以下であることが好ましい。樹脂脱着率が30%を超える場合は、非磁性塗料とした時のビヒクル中における分散性及び分散安定性が低下するとともに、得られた塗膜の機械的強度も低下させる。ビヒクル中での分散性、分散安定性及び塗膜の機械的強度を考慮すれば、より好ましくは25%以下であり、さらにより好ましくは20%以下である。

【0033】針状ヘマタイト粒子は、必要により、粒子表面がアルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物よりなる群から選ばれる少なくとも1種の化合物（以下、アルミニウムの水酸化物等による被覆という。）で被覆しておいてもよく、この場合にはアルミニウムの水酸化物等で被覆しない場合に比べ、非磁性塗料の製造時におけるビヒクル中への分散性が向上する。

【0034】アルミニウムの水酸化物等の被覆量は、針状ヘマタイト粒子粉末に対しAl換算、SiO<sub>2</sub>換算またはAl換算量とSiO<sub>2</sub>換算量の総和で0.01～50重量%が好ましい。0.01重量%未満の場合には、被覆による分散性向上効果が得られ難く、50重量%を超える場合には、被覆効果が飽和するため、必要以上に被覆する意味が無い。ビヒクル中における分散性及び工業的な生産性を考慮すれば、0.05～20重量%がより好ましい。

【0035】アルミニウムの水酸化物等で被覆されている針状ヘマタイト粒子は、アルミニウムの水酸化物等で被覆されていない針状ヘマタイト粒子の場合とほぼ同程度の粒子サイズ、軸比、BET比表面積値、幾何標準偏差値、 $S_{BET}/S_{TEM}$ 値及び全ナトリウム含有量を有している。

【0036】次に、本発明に係る磁気記録媒体について述べる。

【0037】本発明に係る磁気記録媒体は、非磁性支持体、該非磁性支持体上に形成された非磁性下地層及び該非磁性下地層上に形成された磁気記録層とからなる。

【0038】非磁性支持体としては、現在、磁気記録媒体に汎用されているポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリカーボネート、ポリエチレンナフタレート、ポリアミド、ポリアミドイミド、

10

20

30

40

50



ポリイミド等の合成樹脂フィルム、アルミニウム、ステンレス等金属の箔や板及び各種の紙を使用することができ、その厚みは、その材質により種々異なるが、通常、好ましくは1.0~300 $\mu$ m、より好ましくは2.0~200 $\mu$ mである。磁気ディスクの場合、非磁性支持体としてはポリエチレンテレフタレートが通常用いられ、その厚みは、通常50~300 $\mu$ m、好ましくは60~200 $\mu$ mである。磁気テープの場合、ポリエチレンテレフタレートの場合、その厚みは、通常3~100 $\mu$ m、好ましくは4~20 $\mu$ m、ポリエチレンナフタレートの場合、その厚みは、通常3~50 $\mu$ m、好ましくは4~20 $\mu$ m、ポリアミドの場合、その厚みは、通常1~10 $\mu$ m、好ましくは3~7 $\mu$ mである。

【0039】本発明における磁気記録媒体の非磁性下地層は、本発明に係る非磁性下地層用粒子粉末である針状ヘマタイト粒子粉末と結合剤樹脂とからなる。

【0040】結合剤樹脂としては、磁気記録媒体の製造にあたって汎用されている各種結合剤樹脂が使用でき、具体的には、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ウレタン樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル-マレイン酸共重合体、ウレタンエラストマー、ブタジエン-アクリロニトリル共重合体、ポリビニルブチラール、ニトロセルロース等セルロース誘導体、ポリエステル樹脂、ポリブタジエン等の合成ゴム系樹脂、エポキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイソシアネート、電子線硬化型アクリルウレタン樹脂等とその混合物を使用することができる。また、各結合剤樹脂には-OH、-COOH、-SO<sub>3</sub>M、-OPO<sub>3</sub>M<sub>2</sub>、-NH<sub>2</sub>等の極性基（但し、MはH、Na、Kである。）が含まれていてもよい。本発明に係る針状ヘマタイト粒子の分散性を考慮すれば、極性基として-COOH、-SO<sub>3</sub>Mが含まれている結合剤樹脂が好ましい。

【0041】針状ヘマタイト粒子粉末と結合剤樹脂との配合割合は、結合剤樹脂100重量部に対し、針状ヘマタイト粒子が5~2000重量部、好ましくは100~1000重量部である。

【0042】針状ヘマタイト粒子粉末が5重量部未満の場合には、塗料中の針状ヘマタイト粒子粉末が少なすぎるため、塗膜にした時に、針状ヘマタイト粒子の連続分散した層が得られず、塗膜表面の平滑性及び基体のスティフネスが十分とは言えない。2000重量部を超える場合には、結合剤樹脂の量に対して針状ヘマタイト粒子粉末が多すぎるため、非磁性塗料中で針状ヘマタイト粒子粉末が十分に分散されず、その結果、塗膜にした時に、表面が十分平滑な塗膜が得られ難い。また、針状ヘマタイト粒子粉末が結合剤樹脂によって十分にバインドされないために、得られた塗膜はもろいものとなりやすい。

【0043】非磁性下地層の塗膜厚さは、好ましくは0.2~10.0 $\mu$ mである。塗膜厚さが0.2 $\mu$ m未

満の場合には、非磁性支持体の表面粗さを十分に改善することが困難であり、スティフネスも不十分となりやすい。磁気記録媒体の薄層化及び塗膜のスティフネスを考慮すれば、塗膜厚さは、より好ましくは0.5~5.0 $\mu$ mである。

【0044】尚、非磁性下地層に、通常の磁気記録媒体の製造に用いられる潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤等を添加しても支障はない。

【0045】粒子表面が前記アルミニウムの水酸化物等によって被覆されていない針状ヘマタイト粒子を用いた非磁性下地層は、塗膜の光沢度が190~300%、好ましくは193~300%、より好ましくは195~300%であって、塗膜表面粗度Raが0.5~8.0nm、好ましくは0.5~7.5nmであって、より好ましくは0.5~7.0nm、塗膜のスティフネスは、ヤング率（相対値）が125~160、好ましくは128~160である。

【0046】粒子表面が前記アルミニウムの水酸化物等によって被覆されている針状ヘマタイト粒子を用いた非磁性下地層は、塗膜の光沢度が192~300%、好ましくは195~300%、より好ましくは200~300%であって、塗膜表面粗度Raが0.5~7.8nm、好ましくは0.5~7.0nm、より好ましくは0.5~6.8nmであって、塗膜のスティフネスは、ヤング率（相対値）が128~160、好ましくは130~160である。

【0047】本発明における磁気記録層は、磁性粒子粉末と結合剤樹脂とからなる。

【0048】磁性粒子粉末としては、マグヘマイト粒子粉末（ $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）やマグネタイト粒子粉末（FeO<sub>x</sub>・Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、0<x $\leq$ 1）等の磁性酸化鉄粒子粉末にCoまたはCo及びFeを被着させたCo被着型磁性酸化鉄粒子粉末、前記Co被着型磁性酸化鉄粒子粉末にFe以外のCo、Al、Ni、P、Zn、Si、B、希土類金属等の異種元素を含有させたCo被着型磁性酸化鉄粒子粉末、鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末、鉄以外のCo、Al、Ni、P、Zn、Si、B等を含有する鉄合金磁性粒子粉末、Ba、Sr、Ba-Srを含有する板状フェライト粒子粉末等の板状マグネトブランバイト型フェライト粒子粉末並びにこれらにCo、Ni、Zn、Mn、Mg、Ti等の2価及び4価の金属から選ばれた保磁力低減剤の1種又は2種以上を含有させた板状マグネトブランバイト型フェライト粒子粉末等のいずれをも用いることができる。

【0049】尚、近年の磁気記録媒体の高密度記録化を考慮すれば、鉄を主成分とする金属磁性粒子粉末、鉄以外のCo、Al、Ni、P、Zn、Si、B、希土類金属等を含有する鉄合金磁性粒子粉末等が好ましい。

【0050】磁性粒子粉末は、平均長軸径（板状粒子の場合は平均粒子径）が0.01~0.50 $\mu$ m、好まし

くは0.03~0.30 $\mu$ mである。該磁性粒子粉末の粒子の形状は針状もしくは板状である。ここで「針状」とは、文字通りの針状はもちろん、紡錘状や米粒状などを含む。

【0051】また、粒子形状が針状の磁性粒子の場合、軸比は3以上、好ましくは5以上であり、磁性塗料とした時のビヒクル中における分散性を考慮すれば、その上限値は15程度であり、好ましくは10程度である。

【0052】粒子形状が板状の磁性粒子の場合、板状比（粒子の平均粒子径と粒子の平均厚みの比）（以下、「板状比」という。）は2以上、好ましくは3以上であり、磁性塗料とした時のビヒクル中における分散性を考慮すれば、その上限値は20程度であり、好ましくは15程度である。

【0053】磁性粒子粉末の磁気特性は、保磁力値が500~3200Oe、好ましくは550~3200Oeであって、飽和磁化値が50~170emu/g、好ましくは60~170emu/gである。磁気記録媒体の高密度記録化等を考慮すれば、保磁力値は、より好ましくは900~3200Oe、飽和磁化値は、より好ましくは70~170emu/gである。

【0054】結合剤樹脂としては、前記非磁性下地層を形成するために用いた結合剤樹脂を使用することができる。

【0055】磁性粒子粉末と結合剤樹脂との配合割合は、結合剤樹脂100重量部に対し、磁性粒子粉末が200~2000重量部、好ましくは300~1500重量部である。

【0056】非磁性下地層上に設けられた磁気記録層の塗膜厚さは、0.01~5.0 $\mu$ mの範囲である。0.01 $\mu$ m未満の場合には、均一な塗布が困難であり、塗りむら等の現象が出やすくなるため好ましくない。5.0 $\mu$ mを越える場合には、自己減磁作用の影響が大きくなるため、所望の電磁変換特性が得られにくくなる。好ましくは0.05~1.0 $\mu$ mの範囲である。

【0057】磁気記録層中には、通常用いられる潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤等を添加してもよい。

【0058】本発明に係る磁気記録媒体は、磁性粒子としてC<sub>60</sub>被着型磁性酸化鉄粒子を用いた場合には、保磁力値が500~1500Oe、好ましくは550~1500Oe、角形比（残留磁束密度B<sub>r</sub>/飽和磁束密度B<sub>m</sub>）が0.85~0.95、好ましくは0.86~0.95、塗膜の光沢度が130~200%、好ましくは140~200%、塗膜表面粗度R<sub>a</sub>が12.0nm以下、好ましくは2.0~11.0nm、より好ましくは2.0~10.0nm、ヤング率が125~160、好ましくは130~160、電磁変換特性は、非磁性下地層用非磁性粒子として本発明以外の非磁性粒子を用い、磁気記録層に同一の磁性粒子粉末を用いた磁気テープを基準テープとした時に、4MHzにおける出力が+0.5dB以上、温度60℃、相対湿度90%の環境下で14日間保存後の4MHzにおける出力の下がり幅が1.0dB以下であり、磁気テープの30分走行後のヘッド汚れの程度が後述する評価法で2、好ましくは1である。

5dB以上、温度60℃、相対湿度90%の環境下で14日間保存後の4MHzにおける出力の下がり幅が1.0dB以下であり、磁気テープの30分走行後のヘッド汚れの程度が後述する評価法で2、好ましくは1である。

【0059】磁性粒子として鉄を主成分とする針状金属磁性粒子又は鉄合金磁性粒子を用いた場合には、保磁力値が800~3200Oe、好ましくは900~3200Oe、角形比（残留磁束密度B<sub>r</sub>/飽和磁束密度B<sub>m</sub>）が0.85~0.95、好ましくは0.86~0.95、塗膜の光沢度が180~300%、好ましくは190~300%、塗膜表面粗度R<sub>a</sub>が12.0nm以下、好ましくは2.0~11.0nm、より好ましくは2.0~10.0nm、ヤング率が124~160、好ましくは128~160、電磁変換特性は、非磁性下地層用非磁性粒子として本発明以外の非磁性粒子を用い、磁気記録層に同一の磁性粒子粉末を用いた磁気テープを基準テープとした時に、7MHzにおける出力が+0.5dB以上、温度60℃、相対湿度90%の環境下で14日間保存後の7MHzにおける出力の下がり幅が1.0dB以下であり、磁気テープの30分走行後のヘッド汚れの程度が後述する評価法で2、好ましくは1である。

【0060】磁性粒子として板状マグネトブランチ型フェライト粒子を用いた場合には、保磁力値が800~3200Oe、好ましくは900~3200Oe、角形比（残留磁束密度B<sub>r</sub>/飽和磁束密度B<sub>m</sub>）が0.85~0.95、好ましくは0.86~0.95、塗膜の光沢度が160~300%、好ましくは170~300%、塗膜表面粗度R<sub>a</sub>が12.0nm以下、好ましくは2.0~11.0nm、より好ましくは2.0~10.0nm、ヤング率が124~160、好ましくは128~160、電磁変換特性は、非磁性下地層用非磁性粒子として本発明以外の非磁性粒子を用い、磁気記録層に同一の磁性粒子粉末を用いた磁気テープを基準テープとした時に、7MHzにおける出力が+0.5dB以上、温度60℃、相対湿度90%の環境下で14日間保存後の7MHzにおける出力の下がり幅が1.0dB以下であり、磁気テープの30分走行後のヘッド汚れの程度が後述する評価法で2、好ましくは1である。

【0061】次に、本発明に係る非磁性下地層用粒子粉末である針状ヘマタイト粒子粉末の製造法について述べる。

【0062】針状ヘマタイト粒子粉末は、通常の方法により得られる針状ゲータイト粒子を加熱脱水して針状ヘマタイト粒子とした後、該針状ヘマタイト粒子を還元し、表面に析出したナトリウムを洗浄・除去した後、再酸化する方法により得られる。

【0063】本発明における出発原料である針状ゲータイト粒子は、第一鉄塩水溶液と、水酸化アルカリ水溶液、炭酸アルカリ水溶液、または水酸化アルカリ・炭酸



アルカリ水溶液とを用いて得られる鉄の水酸化物や炭酸鉄等の鉄含有沈殿物を含む懸濁液に空気等の酸素含有ガスを通して酸化反応を行う、通常の針状ゲータイト粒子の製法により得ることができる。

【0064】尚、針状ゲータイト粒子の生成反応中に、粒子粉末の長軸径、短軸径、軸比等の諸特性向上のために、通常添加されているNi、Zn、P、Si、Al等の異種元素が添加されていても支障はない。

【0065】また、後述する加熱還元処理に先立って、あらかじめ焼結防止剤で被覆処理しておくことが必要である。焼結防止剤による被覆処理は、針状ゲータイト粒子または該針状ゲータイト粒子を250～500℃の温度範囲で加熱脱水して得られる低密度針状ヘマタイト粒子を含む水懸濁液中に焼結防止剤を添加し、混合攪拌した後、濾別、水洗、乾燥すればよい。

【0066】焼結防止剤としては、通常使用されるヘキサメタリン酸ナトリウム、ポリリン酸、オルトリン酸等のリン化合物、3号水ガラス、オルトケイ酸ナトリウム、メタケイ酸ナトリウム、コロイダルシリカ等のケイ素化合物、ホウ酸等のボロン化合物、酢酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム、アルミン酸ソーダ等のアルミニウム化合物、硫酸チタン等、チタニウム化合物を使用することができるが、好ましくは、オルトリン酸、コロイダルシリカ、ホウ酸、酢酸アルミニウムである。これらは単独で又は2種以上組み合わせて用いられる。焼結防止剤の被覆量は、P、SiO<sub>2</sub>、B、Al、Ti換算量で粒子の全量に対し0.05～10重量%が好ましく、更に好ましくは0.1～5重量%である。

【0067】得られる針状ゲータイト粒子粉末は、通常、全ナトリウム含有量がNa換算で600～3000ppm、可溶性ナトリウム塩がNa換算で300～1500ppmであり、平均長軸径が0.01～0.3μm、平均短軸径が0.001～0.15μm、軸比が3～25、長軸径の幾何標準偏差値が1.5以下、BET比表面積値が50～250m<sup>2</sup>/gである。

【0068】粒子表面が焼結防止剤で被覆されている針状ゲータイト粒子は、250～500℃の温度で加熱脱水して低密度の針状ヘマタイト粒子とする。

【0069】得られる低密度針状ヘマタイト粒子粉末は、通常、全ナトリウム含有量がNa換算で600～3000ppm、可溶性ナトリウム塩がNa換算で500～2000ppmであり、平均長軸径が0.005～0.3μm、平均短軸径が0.0025～0.15μm、軸比が3～20、長軸径の幾何標準偏差値が1.5以下、BET比表面積値が70～350m<sup>2</sup>/g、密度化の程度S<sub>BET</sub>/S<sub>TECH</sub>値が2.5～6.0である。

【0070】加熱温度が250℃未満の場合には、脱水反応に長時間を要するため好ましくない。低温加熱温度が500℃を超える場合には、脱水反応が急激に生起

し、粒子の形状が崩れやすくなったり、粒子相互間の焼結を引き起こすことになり好ましくない。

【0071】加熱処理して得られる針状ヘマタイト粒子は、針状ゲータイト粒子から脱水され、脱水孔を多数有する低密度粒子であり、BET比表面積値が出発原料粒子である針状ゲータイト粒子の1.2～2倍程度となる。

【0072】次いで、低密度針状ヘマタイト粒子は、還元性雰囲気下、250～600℃の温度で加熱還元処理を行って低密度針状マグネタイト粒子とし、粒子内部に含有されているナトリウム化合物を粒子表面に析出させる。

【0073】還元温度が250℃未満の場合には、還元反応に長時間を要するため好ましくない。還元温度が600℃を超える場合には、還元反応が急激に生起し、粒子の形状が崩れやすくなったり、粒子相互間の焼結を引き起こすことになり好ましくない。

【0074】低密度針状マグネタイト粒子粉末は、通常、全ナトリウム含有量がNa換算で600～3000ppm、可溶性ナトリウム塩がNa換算で600～3000ppmであり、平均長軸径が0.01～0.3μm、平均短軸径が0.005～0.15μm、軸比が2～20、長軸径の幾何標準偏差値が1.5以下、BET比表面積値が40～250m<sup>2</sup>/g、密度化の程度S<sub>BET</sub>/S<sub>TECH</sub>値が2.5～5.0である。

【0075】得られた低密度針状マグネタイト粒子は、乾式で粗粉碎をして粗粒をほぐした後スラリー化し、次いで、湿式粉碎することにより更に粗粒をほぐす。湿式粉碎は、少なくとも44μm以上の粗粒が無くなるようにボールミル、サンドグラインダー、ダイノミル、コロイドミル等を用いて行えばよい。湿式粉碎の程度は44μm以上の粗粒が10%以下、好ましくは5%以下、より好ましくは0%である。44μm以上の粗粒が10%を超えて残存していると、水洗工程における析出したナトリウム分の十分な除去効果が得られ難い。

【0076】湿式粉碎により粗粒をほぐした低密度針状マグネタイト粒子は、常法により、濾別、水洗することにより、ナトリウム分を洗浄・除去し、乾燥する。

【0077】水洗法としては、デカンテーションによって洗浄する方法、フィルターシクナーを使用して希釈法で洗浄する方法、フィルタープレスに通水して洗浄する方法等の工業的に通常使用されている方法を使用すればよい。

【0078】水洗後の低密度針状マグネタイト粒子粉末は、通常、全ナトリウム含有量がNa換算で50～1500ppm、可溶性ナトリウム塩がNa換算で30～300ppmであり、平均長軸径が0.01～0.3μm、平均短軸径が0.005～0.15μm、軸比が2～20、長軸径の幾何標準偏差値が1.5以下、BET比表面積値が40～250m<sup>2</sup>/g、密度化の程度S

$S_{\text{ET}}/S_{\text{TEM}}$  値が2.5~5.0である。

【0079】次いで、酸化性雰囲気下、650~850℃の温度で高温加熱して酸化反応を行い、針状マグヘマタイト粒子を経て高密度針状ヘマタイト粒子を得る。

【0080】高温加熱温度が650℃未満の場合には、針状ヘマタイト粒子粉末中に針状マグヘマタイト粒子粉末が混在するため、得られた針状粒子粉末が磁性を有するばかりでなく、高密度化が不十分であるため針状ヘマタイト粒子の粒子内部及び粒子表面に脱水孔が多数存在しており、その結果、ビヒクル中における分散性が不十分となり、非磁性下地層を形成した時、表面平滑な塗膜が得られにくい。高温加熱温度が850℃を超える場合には、針状ヘマタイト粒子の高密度化は十分なされているが、粒子及び粒子相互間の焼結が生じるため、粒子径が増大し、同様に表面平滑な塗膜は得られにくい。

【0081】高密度針状ヘマタイト粒子粉末は、通常、全ナトリウム含有量がNa換算で50~1500ppm、可溶性ナトリウム塩がNa換算で50~1500ppmであり、平均長軸径が0.005~0.3μm、平均短軸径が0.0025~0.15μm、軸比が2~20、長軸径の幾何標準偏差値が1.5以下、BET比表面積値が40~250m<sup>2</sup>/g、密度化の程度 $S_{\text{ET}}/S_{\text{TEM}}$  値が2.5~5.0である。

【0082】得られた高密度針状ヘマタイト粒子は、前述した低密度針状マグネタイト粒子の洗浄工程と同様に、乾式で粗粉碎をして粗粒をほぐした後スラリー化し、次いで、湿式粉碎することにより更に粗粒をほぐした後、常法により、濾別、水洗することにより、粒子表面に析出したナトリウム分を洗浄・除去し、乾燥する。

【0083】上記の如くして得られる針状ヘマタイト粒子は、結合剤樹脂とのなじみをよくして、より分散性を向上させるために、必要により、混合攪拌後にアルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物よりなる群から選ばれた少なくとも1種により被覆してもよい。

【0084】被覆処理は、酸化処理した後水洗した針状ヘマタイト粒子粉末又は乾燥後の針状ヘマタイト粒子粉末を水溶液中に再分散して得られる懸濁液に、アルミニウム化合物、ケイ素化合物または当該両化合物を添加して混合攪拌することにより、または、必要により、pH値を調整することにより、前記針状ヘマタイト粒子の粒子表面に、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物、ケイ素の水酸化物及びケイ素の酸化物を被覆すればよく、次いで、濾別、水洗、乾燥、粉碎する。必要により、更に、脱気・圧密処理等を施してもよい。

【0085】本発明におけるアルミニウム化合物としては、酢酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム等のアルミニウム塩や、アルミニウムの水酸化物、アルミニウムの酸化物及びアルミナゾル等のアルミニウム化合物が使用できる。

【0086】アルミニウム化合物の添加量は、針状ヘマタイト粒子粉末に対しAl換算で0.01~50重量%、好ましくは0.05~20重量%である。0.01重量%未満である場合には、非磁性塗料の製造時におけるビヒクル中への分散性改善効果が得られない。50重量%を超える場合には、分散性改善効果が飽和するため必要以上に添加する意味がない。

【0087】本発明におけるケイ素化合物としては、ケイ酸カリウム等のケイ酸塩や、ケイ素の水酸化物、ケイ素の酸化物及びコロイダルシリカ等のケイ素化合物が使用できる。

【0088】ケイ素化合物の添加量は、針状ヘマタイト粒子粉末に対しSiO<sub>2</sub>換算で0.01~50重量%、好ましくは0.05~20重量%である。0.01重量%未満である場合には、非磁性塗料の製造時におけるビヒクル中への分散性改善効果が得られない。50重量%を超える場合には、分散性改善効果が飽和するため必要以上に添加する意味がない。

【0089】アルミニウム化合物とケイ素化合物とを併せて使用する場合には、針状ヘマタイト粒子粉末に対し、Al換算量及びSiO<sub>2</sub>換算量との総和で0.01~50重量%、好ましくは0.05~20重量%が好ましい。

【0090】次に、本発明における非磁性下地層を有する磁気記録媒体用基体の製造法について述べる。

【0091】本発明における磁気記録媒体用基体は、非磁性支持体上に針状ヘマタイト粒子粉末と結合剤樹脂と溶剤とを含む非磁性塗料を塗布し塗膜を形成した後、乾燥することにより得られる。

【0092】非磁性塗料における溶剤としては、磁気記録媒体の製造にあたって汎用されているメチルエチルケトン、トルエン、シクロヘキサノン、メチルイソブチルケトン、テトラヒドロフラン等が挙げられ、これらは単独で又は2種以上組み合わせる用いることができる。

【0093】非磁性塗料中における溶剤の配合割合は、非磁性塗料100重量部に対して50~95重量部が好ましい。50重量部未満では非磁性塗料とした場合に粘度が高くなりすぎ塗布が困難となる。95重量部を超える場合には、塗膜を形成する際の溶剤の揮散量が多くなりすぎ工業的に不利となる。

【0094】本発明における非磁性塗料は分散安定性に優れたものであり、後述する測定法により得られる非磁性塗料の分散安定性を示す塗膜の光沢度の変化率は5%以下である。

【0095】次に、本発明に係る磁気記録媒体の製造法について述べる。

【0096】本発明に係る磁気記録媒体は、非磁性下地層を有する基体上に磁性粒子粉末と結合剤樹脂と溶剤とを含む磁性塗料を塗布し塗膜を形成した後、乾燥することにより得られる。

【0097】磁性塗料中における溶剤としては、非磁性塗料に用いられる前記溶剤が同様に使用できる。

【0098】磁性塗料中における溶剤の配合割合は、磁性塗料100重量部に対して50～95重量部が好ましい。50重量部未満では磁性塗料とした場合に粘度が高くなりすぎ塗布が困難となる。95重量部を越える場合には、塗膜を形成する際の溶剤の揮散量が多くなりすぎ工業的に不利となる。

【0099】

【作用】本発明において最も重要な点は、ビヒクル中における分散性が優れており、しかも、全ナトリウム含有量が50ppm以下である高密度針状ヘマタイト粒子を非磁性下地層用の非磁性粒子粉末として使用した場合に、ビヒクル中における分散性が優れていることに起因して、非磁性下地層の表面平滑性と強度を向上させることができ、当該非磁性下地層の上に磁気記録層を設けた場合に、磁気記録層表面を平滑で厚みむらのない薄層にすることができるとともに、電磁変換特性及び保存安定性に優れた磁気記録媒体を得ることができるという事実である。

【0100】針状ヘマタイト粒子の全ナトリウム含有量を50ppm以下にできた理由について、本発明者らは、通常の水洗で除去することのできなかつた非磁性粒子内部の結晶中に固着されていたナトリウムが、結晶形の変態とともに系外に放出され可溶化したために、通常の水洗で結晶中のナトリウムが除去できたことによるものと考えている

【0101】非磁性下地層の表面平滑性と強度をより向上させることができた理由について、本発明者らは、高密度針状ヘマタイト粒子相互を強固に架橋して凝集させる原因となっているナトリウム塩を十分水洗・除去することができたことに起因して、凝集物が解きほぐされて、実質的に独立している粒子とすることができ、更にビヒクル中において、針状ヘマタイト粒子表面への樹脂吸着がナトリウム元素以外の元素と直接なされることによって、針状ヘマタイト粒子表面からの樹脂の脱着率が少なくなり、分散性が改善されたことによるものと考えている。

【0102】磁気記録媒体の電磁変換特性を向上させるとともに、磁気記録媒体の保存特性をより向上できた理由について、本発明者らは、非磁性下地層中に含有されている針状ヘマタイトの全ナトリウム含有量を50ppm以下に低減できたことに起因して、粒子表面に存在する可溶性ナトリウム塩はもちろん、空気中の水分等、何らかの要因によって粒子内部に含有されている難溶性のナトリウム塩が可溶性ナトリウム塩となって粒子表面析出してくる量を低減できた結果、塗膜中に添加されている脂肪酸と反応することによって生成する脂肪酸金属塩の生成を低減できたためと考えている。

【0103】

【発明の実施の形態】本発明の代表的な実施の形態は、次の通りである。

【0104】篩残量は、湿式粉碎後のスラリー濃度を別途に求めておき、固形分100gに相当する量のスラリーを325メッシュ（目開き44μm）のフルイに通し、篩に残った固形分の量を定量することによって求めた。

【0105】針状ヘマタイト粒子の平均長軸径及び平均短軸径は、電子顕微鏡写真（×30,000）を縦方向及び横方向にそれぞれ4倍に拡大した写真に示される粒子約350個について、長軸径及び短軸径をそれぞれ測定し、その平均値で示した。

【0106】針状ヘマタイト粒子の軸比は、平均長軸径と平均短軸径との比を計算することによって求めた。

【0107】針状ヘマタイト粒子の長軸径の粒度分布は、以下の方法により求めた幾何標準偏差値で示した。即ち、上記拡大写真に示される粒子350個の長軸径を測定し、その測定値から計算して求めた粒子の実際の長軸径と個数から統計学的手法に従って対数正規確率紙上に横軸に粒子の長軸径を、縦軸に等間隔にとった長軸径区間のそれぞれに属する粒子の累積個数（積算フルイ下）を百分率でプロットした。そして、このグラフから粒子の累積個数が50%及び84.13%のそれぞれに相当する長軸径の値を読みとり、幾何標準偏差値＝（積算フルイ下84.13%における長軸径）／（積算フルイ下50%における長軸径）（幾何平均径）に従って算出した値で示した。幾何標準偏差値が1に近いほど、長軸径の粒度分布が優れていることを意味する。

【0108】比表面積値はBET法（窒素吸着法）により測定した値で示した。

【0109】針状ヘマタイト粒子中の全ナトリウムの含有量は、試料1.000gを200mlのビーカーに精秤し、12N塩酸25mlを加えて時計皿でフタをして加熱溶解し、放冷後500mlのメスフラスコに移し、純水を加えて正確に500mlとした溶液を、誘導結合プラズマ発光分光分析装置（セイコー電子工業株式会社製）を用いて測定した。

【0110】可溶性ナトリウム塩は、試料5gを300mlの三角フラスコに秤り取り、煮沸した純水100mlを加え、加熱して煮沸状態を約5分間保持した後、栓をして常温まで放冷し、減量に相当する水を加えて再び栓をして1分間振り混ぜ、5分間静置した後、得られた上澄み液をNo.5Cの濾紙を用いて濾過し、濾液中のNa<sup>+</sup>を誘導結合プラズマ発光分光分析装置（セイコー電子工業株式会社製）を用いて測定した。

【0111】針状ヘマタイト粒子の保存安定性は、温度60℃、相対湿度90%の環境下で14日間静置した後、前記と同様にして測定した可溶性ナトリウム塩（Na換算）で示した。

【0112】針状ヘマタイト粒子の密度化の程度は、前

述した通り、 $S_{\text{BET}} / S_{\text{TEN}}$  値で示した。ここで、 $S_{\text{BET}}$  値は、上記BET法により測定した比表面積値である。 $S_{\text{TEN}}$  値は、前記電子顕微鏡写真から測定した粒子の平均長軸径値  $l$  cm、平均短軸径値  $w$  cmを用いて粒子を直方体と仮定して下記式に従って算出した値である。

$$S_{\text{TEN}} \text{ 値 (m}^2/\text{g)} = \{ (4lw + 2w^2) / lw^2 \cdot \rho_0 \} \times 10^{-4}$$

(但し、 $\rho_0$  はヘマタイトの真比重であり、 $5.2 \text{ g/cm}^3$  を用いた。)

【0113】針状ヘマタイト粒子の内部や表面に存在するAl量、 $\text{SiO}_2$  量及びP量のそれぞれは、「蛍光X線分析装置3063M型」(理学電機工業株式会社製)を使用し、JIS K0119の「けい光X線分析通則」に従って測定した。

【0114】樹脂脱着率は、針状ヘマタイト粒子に吸着している樹脂の脱着しやすさを示すものであり、下記の方法により求めた樹脂脱着率(%)が0に近い程、針状ヘマタイト粒子表面から樹脂が脱着しにくいことを示す。

【0115】まず、被測定粒子粉末10gと樹脂0.5gを混合溶剤(メチルエチルケトン/トルエン/シクロヘキサノン=5/3/2)20gに溶解させた樹脂溶液20.5gとを1mmφガラスビーズ100gとともに140mlガラスビンに入れ、2時間ベイントシェーカーで混合分散する。

【0116】次に、得られた塗料組成物を取り出し沈降管に入れ、回転数10000rpmで15分間遠心分離を行い、固形部分と上澄み部分とを分離する。そして、上澄み部分に含まれる樹脂量を重量法によって測定し、仕込みの樹脂量から差し引きすることにより、粒子粉末への樹脂吸着量  $W_a$  (mg/g)を求める。

【0117】次に、遠心分離により得られた固形部分を蒸発乾固させ、粒子粉末を5g含有するよう乾燥固形分を140mlガラスビンに分取する。前述した混合溶剤10gと1mmφガラスビーズ50gを加え、2時間ベイントシェーカーで混合分散する。

【0118】得られた混合分散物を取り出し沈降管に入れ、回転数10000rpmで15分間遠心分離を行い、固形部分と上澄み部分とを分離する。そして、上澄み部分に含まれる脱着した樹脂量  $W_e$  (mg/g)を重量法によって定量し、下記式に従って求めた値を樹脂脱着率(%)とした。

【0119】

$$\text{樹脂脱着率 (\%)} = (W_e / W_a) \times 100$$

【0120】塗料粘度は、得られた塗料の25℃における塗料粘度を、E型粘度計EMD-R(株式会社東京計器製)を用いて測定し、ずり速度  $D = 1.92 \text{ sec}^{-1}$  における値で示した。

【0121】光沢度は、「グロスメーター UGV-5

D」(株式会社島津製作所製)を用いて塗膜の45°光沢度を測定して求めた。

【0122】非磁性塗料の分散安定性は、下記方法によって求めた塗膜の光沢度の変化率(%)で示した。塗膜の光沢度の変化率が小さいほど非磁性塗料の分散安定性が優れていることを示す。

【0123】まず、分散直後の非磁性塗料を用いて塗膜を作製し、45°光沢度( $G_0$ )を測定する。次いで、該非磁性塗料を60分静置した後、同様にして塗膜を作製し、45°光沢度( $G$ )を測定し、下記式に従って塗膜の光沢度の変化率を求めた。

$$\text{【0124】光沢度の変化率 (\%)} = [(G_0 - G) / G_0] \times 100$$

【0125】表面粗度  $R_a$  は、「Surfcom-575A」(東京精密株式会社製)を用いて塗膜の中心線平均粗さを測定した。

【0126】塗膜のスティフネスは、「オートグラフ」(株式会社島津製作所製)を用いて塗膜のヤング率を測定して求めた。ヤング率は市販ビデオテープ「AVT-120(JVC製)」との相対値で表した。相対値が高いほど塗膜のスティフネスが良好であることを示す。

【0127】磁気特性は、「振動試料型磁力計VSM-3S-15」(東英工業株式会社製)を使用し、外部磁場10kOeまでかけて測定した。

【0128】磁気テープの電磁変換特性は、後述する処法によって調製した塗料を用いて作製した磁気テープを1/2インチ幅に裁断し、ドラムテスターBX-3168(BELDEX社製)を用いて測定を行った。

【0129】磁性粒子として針状磁性酸化鉄粒子を用いた磁気テープの場合は、磁気テープとヘッドとの相対速度5.8m/s、記録周波数4MHzにおける電磁変換出力値を、後出比較例のそれぞれの基準テープに対する相対値として示した。

【0130】また、磁性粒子として鉄を主成分とする針状磁性粒子または板状マグネトブランバイト型フェライト粒子を用いた磁気テープの場合は、磁気テープとヘッドとの相対速度3.8m/s、記録周波数7MHzにおける電磁変換出力値を、後出比較例のそれぞれの基準テープに対する相対値として示した。

【0131】磁気テープの保存安定性は、上記で得られた磁気テープを温度60℃、相対湿度90%の環境下で14日間保存した後、保存前と同様の条件で電磁変換出力値を測定、算出し、保存前と保存後の電磁変換特性の変化幅(下がり幅)で示した。

【0132】磁気テープ走行によるヘッドの汚れは、メディアデュラビリティテスターMDT-3000(Steinberg Associates社製)を用いて、相対速度16m/sec、負荷200gにおいて、30分間走行させた後のヘッド汚れを目視で観察し、下記の基準により4段階で評価した。1が最もヘッドの汚

れが少ないことを示す。

- 1：汚れなし。
- 2：汚れ若干あり。
- 3：汚れあり。
- 4：ひどい汚れあり。

【0133】磁気記録媒体を構成している非磁性支持体、非磁性下地層及び磁気記録層の各層の厚みは、下記の方法によって測定した。

【0134】即ち、デジタル電子マイクロメーターK351C（安立電気株式会社製）を用いて、先ず、非磁性支持体の膜厚（A）を測定する。次に、非磁性支持体と該非磁性支持体上に形成された非磁性下地層との厚み

（B）（非磁性支持体の厚みと非磁性下地層の厚みとの総和）を同様にして測定する。更に、非磁性下地層上に磁気記録層を形成することにより得られた磁気記録媒体の厚み（C）（非磁性支持体の厚みと非磁性下地層の厚みと磁気記録層の厚みとの総和）を同様にして測定する。そして、非磁性下地層の厚みはB-Aで示し、磁気記録層の厚みはC-Bで示した。

【0135】＜針状ゲータイド粒子粉末～低密度針状ヘマタイト粒子粉末の製造＞硫酸第一鉄水溶液と炭酸ナトリウム水溶液とを用いて得られた針状ゲータイド粒子粉末（平均長軸径0.213μm、平均短軸径0.0246μm、軸比8.7、BET比表面積値（ $S_{BET}$ ）113.6m<sup>2</sup>/g、密度化の程度 $S_{BET}/S_{TEM}$ 値3.43、長軸径の幾何標準偏差値1.36、全ナトリウム含有量（Na換算）1864ppm及び可溶性ナトリウム塩（Na換算）301ppm）1500gを水中に懸濁させてスラリーとし、固形分濃度を10g/Lに調整した。このスラリーのうち、150Lについて加熱を行うことで温度を60℃とし、0.1NのKOH水溶液を加えてpH値を10.0に調整した。

【0136】次に、上記アルカリ性スラリー中に、焼結防止剤としてリン酸30gを徐々に加え、添加が終わった後、30分間熟成を行った。次に、このスラリーに0.5Nの酢酸溶液を加え、pH値を6.0に調整した。その後、常法により、濾別、水洗、乾燥、粉碎を行い、リン化合物が粒子表面に被覆されている針状ゲータイド粒子粉末を得た。針状ゲータイド粒子粉末に含まれるリン化合物はP換算で0.63重量%であった。

【0137】得られた針状ゲータイド粒子粉末1300gをステンレス製回転炉に投入し、回転駆動させながら空气中320℃で30分間加熱脱水処理を行って、低密度針状ヘマタイト粒子を得た。得られた低密度針状ヘマタイト粒子は、平均長軸径0.171μm、平均短軸径0.0221μm、軸比7.7、BET比表面積値（ $S_{BET}$ ）141.6m<sup>2</sup>/g、 $S_{BET}/S_{TEM}$ 値3.82、長軸径の幾何標準偏差値1.36、全ナトリウム含有量（Na換算）1871ppm、可溶性ナトリウム塩（Na換算）568ppm及びリン化合物の含有量（P

換算）0.69重量%であった。

【0138】＜低密度針状マグネタイト粒子粉末の製造＞得られた低密度針状ヘマタイト粒子粉末1100gをステンレス製回転炉に投入し、回転駆動させながら水素ガス雰囲気中450℃で120分間加熱還元処理を行って、低密度針状マグネタイト粒子を得た。得られた低密度針状マグネタイト粒子は、平均長軸径0.166μm、平均短軸径0.0232μm、軸比7.2、BET比表面積値（ $S_{BET}$ ）54.6m<sup>2</sup>/g、 $S_{BET}/S_{TEM}$ 値1.53、長軸径の幾何標準偏差値1.37、全ナトリウム含有量（Na換算）1896ppm、可溶性ナトリウム塩（Na換算）1810ppm及びリン化合物の含有量（P換算）0.70重量%であった。

【0139】＜低密度針状マグネタイト粒子粉末の水洗処理＞得られた低密度針状マグネタイト粒子1000gを奈良式粉碎器で粗粉碎した後、純水10Lに投入し、ホモミキサー（特殊機化工業（株）製）を用いて60分間撹拌した。

【0140】得られた低密度針状マグネタイト粒子のスラリーを横型SGM（ディスバマツSL：エスシー・アディケム株式会社製）で循環しながら、軸回転数2000rpmで1時間混合・分散した。得られたスラリー中の低密度針状マグネタイト粒子の325メッシュ（目開き44μm）における篩残分は0%であった。このスラリーをデカンテーション法により水洗し、pH値が7.0のスラリーとした。

【0141】上記低密度針状マグネタイト粒子を含有する水洗スラリーを、フィルタープレスを用いて濾別し、純水を通水して濾液の電導度が5μS以下になるまで水洗し、その後、常法によって乾燥させた後、粉碎して低密度針状マグネタイト粒子粉末を得た。得られた低密度針状マグネタイト粒子粉末は、平均長軸径0.163μm、平均短軸径0.0233μm、軸比7.0、BET比表面積値（ $S_{BET}$ ）53.2m<sup>2</sup>/g、 $S_{BET}/S_{TEM}$ 値1.50、長軸径の幾何標準偏差値1.36、全ナトリウム含有量（Na換算）140ppm、可溶性ナトリウム塩（Na換算）52ppm及びリン化合物の含有量（P換算）0.70重量%であった。

【0142】＜高密度針状ヘマタイト粒子粉末の製造＞次に、水洗して得られた低密度針状マグネタイト粒子粉末800gをセラミック製の回転炉に投入し、回転駆動させながら空气中730℃で30分間加熱酸化処理を行って、高密度針状ヘマタイト粒子を得た。得られた高密度針状ヘマタイト粒子は、平均長軸径0.159μm、平均短軸径0.0235μm、軸比6.8、BET比表面積値（ $S_{BET}$ ）50.0m<sup>2</sup>/g、 $S_{BET}/S_{TEM}$ 値1.42、長軸径の幾何標準偏差値1.37、全ナトリウム含有量（Na換算）138ppm、可溶性ナトリウム塩（Na換算）126ppm及びリン化合物の含有量（P換算）0.70重量%であった。

【0143】＜高密度針状ヘマタイト粒子粉末の水洗処理＞得られた高密度針状ヘマタイト粒子800gを奈良式粉碎器で粗粉碎した後、純水8Lに投入し、ホモミキサー（特殊機化工業株式会社製）を用いて60分間撹拌した。

【0144】得られた高密度針状ヘマタイト粒子のスラリーを横型SGM（ディスバマットSL：エスシー・アディケム株式会社製）で循環しながら、軸回転数2000rpmで1時間混合・分散した。得られたスラリー中の高密度針状ヘマタイト粒子の325メッシュ（目開き44μm）における篩残分は0%であった。このスラリーをデカンテーション法により水洗し、pH値が7.0のスラリーとした。正確を期すため、この時点でのスラリー濃度を確認したところ96g/Lであった。

【0145】上記高密度針状ヘマタイト粒子を含有する水洗スラリーを、プレスフィルターを用いて濾別し、純水を通水して濾液の電導度が5μS以下になるまで水洗し、その後、常法によって乾燥させた後、粉碎して高密\*

針状ヘマタイト粒子粉末

スルホン酸ナトリウム基を有する

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂

スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂

シクロヘキサノン

メチルエチルケトン

トルエン

【0148】得られた非磁性塗料を厚さ14μmのポリエチレンテレフタレートフィルム上にアプリケーターを用いて55μmの厚さに塗布し、次いで、乾燥させることにより非磁性下地層を形成した。

【0149】得られた非磁性下地層の光沢は216%、表面粗度Raは5.6nm、ヤング率は135であった。

【0150】また、該非磁性塗料を60分静置した後、上記と同様にして厚さ14μmのポリエチレンテレフタレートフィルム上に非磁性下地層を形成した時の非磁性下地層の光沢は213%であり、塗料の分散安定性を示す光沢度の変化率は1.4%であった。

※

鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末

スルホン酸ナトリウム基を有する

塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂

スルホン酸ナトリウム基を有するポリウレタン樹脂

研磨剤（AKP-30）

カーボンブラック（#3250B）

潤滑剤（ミリスチン酸：ステアリン酸ブチル＝1：2）

硬化剤（ポリイソシアネート）

シクロヘキサノン

メチルエチルケトン

トルエン

【0153】得られた磁性塗料を前記分散直後の非磁性塗料を用いて得られた非磁性下地層の上にアプリケーター

＊度針状ヘマタイト粒子を得た。得られた高密度針状ヘマタイト粒子粉末は、平均長軸径0.158μm、平均短軸径0.0228μm、軸比6.9、BET比表面積値（ $S_{BET}$ ）50.2m<sup>2</sup>/g、 $S_{BET}/S_{TEm}$  値1.39、長軸径の幾何標準偏差値1.37、樹脂脱着率8.6%、全ナトリウム含有量（Na換算）19ppm、可溶性ナトリウム塩（Na換算）8ppm、高温高湿下における保存性（可溶性ナトリウム塩）（Na換算）9ppm及びリン化合物の含有量（P換算）0.69重量%であった。

【0146】＜非磁性下地層の製造＞得られた高密度針状ヘマタイト粒子粉末と結合剤樹脂及び溶剤とを混合し、固形分率75重量%でブラストミルを用いて30分間混練した。しかる後、所定量の混練物を取り出し、ガラスビンにガラスビーズ及び溶剤とともに添加し、ペイントコンディショナーで6時間混合・分散を行った。

【0147】得られた非磁性塗料の組成は、下記の通りである。

100重量部

10重量部

10重量部

44.6重量部

111.4重量部

66.9重量部

※【0151】＜磁気記録媒体の製造＞鉄を主成分とする針状金属磁性粒子粉末（平均長軸径0.103μm、平均短軸径0.0152μm、軸比6.8、保磁力値1910Oe、飽和磁化値136emu/g）と結合剤樹脂及び溶剤とを混合し、固形分率78重量%でブラストミルを用いて30分間混練して混練物を得た。この混練物をガラスビンにガラスビーズ及び溶剤とともに添加し、ペイントコンディショナーで6時間混合・分散を行った。

【0152】その後、研磨剤、潤滑剤及び硬化剤とを加え、さらに、15分間混合・分散した。得られた磁性塗料の組成は下記の通りであった。

100重量部

10重量部

10重量部

10重量部

1.0重量部

3.0重量部

5重量部

64.9重量部

162.2重量部

97.3重量部

ーを用いて15μmの厚さに塗布した後、磁場中において配向・乾燥し、次いで、カレンダー処理を行った後、



60℃で24時間硬化反応を行い0.5インチ幅にスリットして磁気テープを得た。

【0154】得られた磁気テープのHcは19800e、角型比(Br/Bm)は0.87、光沢は236%、表面粗度Raは5.7nm、ヤング率は137であった。磁気テープとヘッドとの相対速度3.8m/s、記録周波数7MHzにおける電磁変換出力値は、後出比較例34の磁気テープを基準テープとした時に、+1.1dBであり、温度60℃、相対湿度90%の環境下で14日間保存後の記録周波数7MHzにおける出力の下

がり幅が0.1dBであり、磁気テープの30分走行後\*

\*のヘッドの汚れは1であった。

【0155】

【実施例】次に、実施例並びに比較例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、これらは本発明の範囲を何ら限定するものではない。

【0156】＜針状ゲータイト粒子粉末の種類＞針状ヘマタイト粒子粉末を製造するための出発原料として、上記実施の形態の項に記載の針状ゲータイト粒子と、表1に記載の針状ゲータイト粒子1乃至3を準備した。

【0157】

【表1】

針状ゲータイト粒子の種類	針状ゲータイト粒子粉末の特性								
	平均長軸径	平均短軸径	軸比	焼何標準偏差値	S <sub>BET</sub> 値	S <sub>TEM</sub> 値	S <sub>BET</sub> /S <sub>TEM</sub> 値	全ナトリウム含有量(Na換算)(ppm)	可溶性ナトリウム塩(Na換算)(ppm)
	(μm)	(μm)	(-)	(-)	(m <sup>2</sup> /g)	(m <sup>2</sup> /g)	(-)		
実施の形態の項に記載の粒子	0.213	0.0246	8.7	1.36	113.6	33.1	3.43	1,864	301
ゲータイト粒子1	0.153	0.0188	8.1	1.33	171.1	43.4	3.94	1,538	416
＃2	0.186	0.0201	9.3	1.35	152.6	40.3	3.78	1,965	513
＃3	0.265	0.0278	9.5	1.32	83.2	29.1	2.86	2,562	458

【0158】＜低密度針状ヘマタイト粒子粉末の製造＞被処理粒子1～4（前駆体）及び比較例1針状ゲータイト粒子の種類、焼結防止剤の種類及び添加量、加熱脱水温度及び時間を種々変化させた以外は、前記本発明の実施の形態と同様にして被処理粒子粉末であ\*

※る低密度針状ヘマタイト粒子粉末を得た。

【0159】この時の主要製造条件及び諸特性を表2及び表3に示す。

【0160】

【表2】

前駆体	針状ゲータイト粒子の種類	焼結防止処理			加熱脱水処理	
		種類	換算	添加量(重量%)	温度(℃)	時間(分)
前駆体1	実施の形態の項に記載の粒子	リン酸	P	1.51	320	30
＃2	ゲータイト粒子1	コロイダルシリカ	SiO <sub>2</sub>	2.03	340	30
＃3	＃2	リン酸	P	1.01	310	30
＃4	＃3	コロイダルシリカ	SiO <sub>2</sub>	3.06	370	30
比較例1	実施の形態の項に記載の粒子	コロイダルシリカ	SiO <sub>2</sub>	1.03	340	30

【0161】

【表3】

前駆体	低密度針状ヘマタイト粒子粉末の特性									
	平均 長軸径 ( $\mu\text{m}$ )	平均 短軸径 ( $\mu\text{m}$ )	幾何標準 偏差値 (-)	軸比 (-)	$S_{\text{BET}}$ 値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$S_{\text{TGA}}$ 値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$S_{\text{BET}}/S_{\text{TGA}}$ 値 (-)	焼結防止剤の量		全ナトリウ ム含有量 (ppm)
								換算	含有量 (重量%)	
前駆体1	0.173	0.0229	1.36	7.6	146.8	35.8	4.10	P	1.64	1,888
#2	0.148	0.0185	1.33	8.0	192.1	44.2	4.35	SiO <sub>2</sub>	2.24	1,546
#3	0.175	0.0196	1.35	8.9	168.3	41.4	4.08	P	1.11	1,983
#4	0.246	0.0268	1.33	9.2	110.0	30.3	3.63	SiO <sub>2</sub>	3.34	2,580
比較例1	0.173	0.0230	1.36	7.5	132.5	35.7	3.71	SiO <sub>2</sub>	1.13	1,872
										588
										512
										583
										712
										613
										68.3
										71.2
										68.6
										69.2
										69.3

【0162】＜低密度針状マグネタイト粒子粉末の製造＞

被処理粒子5～8（前駆体）及び比較例2～4

被処理粒子の種類、加熱還元処理の温度及び時間を種々変化させた以外は、前記本発明の実施の形態と同様にして低密度針状マグネタイト粒子粉末を得た。

【0163】この時の主要製造条件及び諸特性を表4及び表5に示す。

【0164】

10 【表4】

前駆体	前駆体の種類	加熱還元処理		
		雰囲気	温度 (℃)	時間 (分)
前駆体5	前駆体1	水素ガス	480	120
＃6	＃2	＃	400	180
＃7	＃3	＃	410	160
＃8	＃4	＃	500	100
比較例2	比較例1	＃	450	120
＃3	＃1	＃	650	120
＃4	＃1	＃	200	120

【0165】

【表5】

前駆体	低密度針状マグネタイト粒子粉末の特性											
	平均 長軸径 ( $\mu\text{m}$ )	平均 短軸径 ( $\mu\text{m}$ )	幾何標準 偏差値 ( $-$ )	軸比 ( $-$ )	$S_{\text{BET}}$ 値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$S_{\text{TMA}}$ 値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$S_{\text{HET}}/$ $S_{\text{TMA}}$ 値 ( $-$ )	焼結防止剤の量		全ナトリウ ム含有量 (ppm)	可溶性ナ トリウム塩 (ppm)	樹脂 脱着率 (%)
								換算	含有量 (重量%)			
前駆体5	0.168	0.0230	1.36	7.3	53.8	35.7	1.51	P	1.67	1,879	1,792	78.8
# 6	0.142	0.0187	1.34	7.6	63.6	43.8	1.45	$\text{SiO}_2$	2.28	1,551	1,474	75.6
# 7	0.170	0.0195	1.35	8.7	52.6	41.7	1.26	P	1.15	1,988	1,927	72.1
# 8	0.241	0.0266	1.33	9.1	43.8	30.5	1.44	$\text{SiO}_2$	3.37	2,590	2,492	76.1
比較例2	0.170	0.0228	1.37	7.5	51.6	36.0	1.43	$\text{SiO}_2$	1.15	1,880	1,821	73.2
# 3	0.140	0.0503	1.83	2.8	27.6	18.0	1.53	$\text{SiO}_2$	1.15	1,893	1,850	78.6
# 4	0.170	0.0230	1.36	7.4	116.5	35.7	3.26	$\text{SiO}_2$	1.14	1,886	712	88.9

【0166】<低密度針状マグネタイト粒子粉末の水洗処理>

被処理粒子9～12（前駆体）及び比較例5～7

被処理粒子の種類、湿式粉碎の有無を種々変化させた以外は、前記本発明の実施の形態と同様にして水洗処理後の低密度針状マグネタイト粒子粉末を得た。

【0167】この時の主要製造条件及び諸特性を表6及び表7に示す。

【0168】

10 【表6】

前駆体	前駆体の種類	湿式粉碎	
		有無	篩残量 (重量%)
前駆体9	前駆体5	有	0
＃10	＃6	有	0
＃11	＃7	有	0
＃12	＃8	有	0
比較例5	比較例2	有	0
＃6	＃3	有	0
＃7	＃4	有	0

【0169】  
【表7】

前駆体	水洗処理後の低密度針状マグネサイト粒子粉末の特性											
	平均 長軸径 ( $\mu\text{m}$ )	平均 短軸径 ( $\mu\text{m}$ )	幾何標準 偏差値 ( $-$ )	軸比 ( $-$ )	$S_{\text{BET}}$ 値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$S_{\text{TGA}}$ 値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$S_{\text{BET}}/$ $S_{\text{TGA}}$ 値 ( $-$ )	焼結防止剤の量		全ナトリウ ム含有量 (ppm)	可溶性ナ トリウム塩 (ppm)	焼結 脱着率 (%)
								換算	含有量 (重量%)			
前駆体9	0.168	0.0230	1.36	7.3	52.9	35.7	1.48	P	1.67	128	43	38.6
# 10	0.143	0.0186	1.34	7.7	63.9	44.0	1.46	SiO <sub>2</sub>	2.27	139	65	41.2
# 11	0.170	0.0194	1.35	8.8	53.1	41.9	1.27	P	1.16	99	40	32.6
# 12	0.241	0.0265	1.33	9.1	43.2	30.6	1.41	SiO <sub>2</sub>	3.38	180	63	36.8
比較例5	0.170	0.0228	1.36	7.5	51.6	36.0	1.43	SiO <sub>2</sub>	1.16	120	63	40.3
# 6	0.139	0.0504	1.85	2.8	27.3	18.0	1.51	SiO <sub>2</sub>	1.15	98	55	45.6
# 7	0.169	0.0229	1.36	7.4	117.1	35.9	3.26	SiO <sub>2</sub>	1.15	1,287	113	76.9

35

(19)

特開2000-123354

36

【0170】＜高密度針状ヘマタイト粒子粉末の製造＞  
被処理粒子13～16（前駆体）及び比較例8～11  
被処理粒子の種類、加熱酸化処理の温度及び時間を種々  
変化させた以外は、前記本発明の実施の形態と同様にし  
て高密度針状ヘマタイト粒子粉末を得た。

【0171】この時の主要製造条件及び諸特性を表8及  
び表9に示す。

【0172】

【表8】

10

20

30



前駆体	前駆体の種類	加熱酸化処理		
		雰囲気	温度 (℃)	時間 (分)
前駆体13	前駆体9	空気	750	30
＃ 14	＃ 10	＃	700	60
＃ 15	＃ 11	＃	730	60
＃ 16	＃ 12	＃	780	30
比較例8	比較例5	＃	750	30
＃ 9	＃ 5	＃	880	30
＃ 10	＃ 5	＃	500	30
＃ 11	＃ 4	＃	700	30

前駆体	高密度針状ヘマタイト粒子粉末の特性											
	平均 長軸径 (μm)	平均 短軸径 (μm)	幾何標準 偏差値 (-)	軸比	S <sub>BET</sub> 値 (m <sup>2</sup> /g)	S <sub>TEM</sub> 値 (m <sup>2</sup> /g)	S <sub>BET</sub> / S <sub>TEM</sub> 値 (-)	焼結防止剤の量		全ナトリウ ム含有量 (ppm)	可溶性ナ トリウム塩 (ppm)	樹脂 脱着率 (%)
								換算	含有量 (重量%)			
前駆体13	0.163	0.0231	1.37	7.1	50.8	35.7	1.42	P	1.67	128	100	51.6
＃ 14	0.139	0.0187	1.35	7.4	60.6	43.9	1.38	SiO <sub>2</sub>	2.28	136	112	48.2
＃ 15	0.164	0.0196	1.35	8.4	49.8	41.6	1.20	P	1.16	96	93	41.6
＃ 16	0.234	0.0268	1.34	8.7	42.6	30.3	1.40	SiO <sub>2</sub>	3.39	182	139	56.8
比較例8	0.170	0.0229	1.37	7.4	51.8	35.9	1.44	SiO <sub>2</sub>	1.16	122	100	48.9
＃ 9	0.121	0.0401	1.86	3.0	31.6	22.4	1.41	SiO <sub>2</sub>	1.15	101	89	39.6
＃ 10	0.169	0.0230	1.36	7.3	118.0	35.7	3.30	SiO <sub>2</sub>	1.15	121	412	71.6
＃ 11	0.242	0.0269	1.34	9.0	44.4	30.2	1.47	SiO <sub>2</sub>	3.39	1,883	1,471	82.6

【0174】＜高密度針状ヘマタイト粒子粉末の水洗処理＞

実施例1～4及び比較例12

被処理粒子の種類、湿式粉碎の有無を種々変化させた以外は、前記本発明の実施の形態と同様にして水洗処理後の高密度針状ヘマタイト粒子粉末を得た。

【0175】この時の主要製造条件及び諸特性を表10及び表11に示す。

【0176】

【表10】

実施例 及び 比較例	前駆体の種類	湿式粉碎	
		有無	篩残量 (重量%)
実施例1	前駆体13	有	0
" 2	" 14	有	0
" 3	" 15	有	0
" 4	" 16	有	0
比較例12	比較例11	有	0

【0177】

【表11】

水処理後の高密度針状ヘマタイト粒子粉末の特性													
実施例 及び 比較例	平均 長軸径 ( $\mu\text{m}$ )	平均 短軸径 ( $\mu\text{m}$ )	幾何標準 偏差値 (-)	軸比 (-)	$S_{\text{BET}}$ 値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$S_{\text{TEM}}$ 値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$S_{\text{BET}}/$ $S_{\text{TEM}}$ 値 (-)	焼結防止剤の量		全ナトリウ ム含有量 (ppm)	可溶性ナ トリウム塩 (ppm)	経時後の 可溶性ナ トリウム塩 (ppm) (*)	樹脂 脱着率 (%)
								換算	含有量 (重量%)				
実施例1	0.163	0.0230	1.37	7.1	50.3	35.8	1.40	P	1.67	21	6	7	8.2
# 2	0.139	0.0187	1.34	7.4	61.1	43.9	1.39	SiO <sub>2</sub>	2.28	32	13	15	7.5
# 3	0.163	0.0195	1.36	8.4	48.9	41.8	1.17	P	1.16	8	6	6	6.8
# 4	0.234	0.0268	1.34	8.7	42.1	30.3	1.39	SiO <sub>2</sub>	3.39	44	26	28	12.3
比較例12	0.242	0.0270	1.35	9.0	43.6	30.1	1.45	SiO <sub>2</sub>	3.35	365	43	166	36.8

\*1) 温度60℃、相対湿度90%の環境下14日間静置後のサンプルの可溶性ナトリウム塩(Na換算)

【0178】＜高密度針状ヘマタイト粒子粉末の表面被覆処理＞

## 実施例5

アルカリ性水溶液中における加熱処理後にデカンテーション法により水洗して得られた発明の実施の形態のpH値が7.0のスラリーは、スラリー濃度が96g/Lであった。このスラリー5Lを再度加熱して60℃とし、このスラリー中に1.0Nの酢酸アルミニウム溶液266ml（針状ヘマタイト粒子に対しA1換算で1.5重量%に相当する。）を加え、30分間保持した後、酢酸を用いてpH値を7.0に調整した。次いで、前記本発明の実施の形態と同様にして濾別、水洗、乾燥、粉碎して粒子表面が被覆物により被覆されている針状ヘマタイト粒子粉末を得た。

【0179】この時の主要製造条件及び諸特性を表12

及び表13に示す。

【0180】実施例6～8

針状ヘマタイト粒子の種類、表面処理物の種類及び添加量を種々変化させた以外は、実施例5と同様にして針状ヘマタイト粒子粉末を得た。

\*

\*【0181】この時の主要製造条件及び諸特性を表12及び表13に示す。

【0182】

〔表12〕

実施例	針状ヘマタイト 粒子粉末の 種類	表面処理		被覆物		
		種 類	添加量 (Alもしくは SiO <sub>2</sub> 換算) (重量%)	種類 <sup>*2)</sup>	換算	被覆量 (重量%)
実施例5	実施例1	酢酸アルミニウム	1.5	A	Al	1.48
＃6	＃2	コロイダルシリカ	1.0	S	SiO <sub>2</sub>	0.98
＃7	＃3	酢酸アルミニウム	3.0	A	Al	2.91
＃8	＃4	酢酸アルミニウム	2.0	A	Al	1.94
		コロイダルシリカ	0.5	S	SiO <sub>2</sub>	0.48

<sup>\*2)</sup> Aはアルミニウムの水酸化物、Sはケイ素の酸化物

【0183】

〔表13〕

実施例	表面処理後水洗した高密度針状ヘマタイト粒子粉末の特性									
	平均長軸径 ( $\mu\text{m}$ )	平均短軸径 ( $\mu\text{m}$ )	幾何標準偏差値 (-)	軸比 (-)	$S_{\text{BET}}$ 値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$S_{\text{TEX}}$ 値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$S_{\text{BET}}/S_{\text{TEX}}$ 値 (-)	焼結防止剤の含有量 (重量%)	全ナトリウム含有量 (ppm)	可溶性ナトリウム塩 (ppm)
	交換	計算	交換	計算	交換	計算	交換	計算	交換	計算
実施例5	0.163	0.0230	1.37	7.1	51.1	35.8	1.43	P	18	3
#6	0.139	0.0188	1.34	7.4	62.1	43.7	1.42	SiO <sub>2</sub>	35	6
#7	0.163	0.0194	1.35	8.4	48.1	42.0	1.14	P	10	8
#8	0.234	0.0268	1.34	8.7	41.6	30.3	1.37	SiO <sub>2</sub>	42	21

\*1) 温度60℃、相対湿度90%の環境下14日間静置後のサンプルの可溶性ナトリウム塩(Na換算)

#### 【0184】比較例13

硫酸第一鉄水溶液とアンモニア水溶液とを用いて得られた針状ゲータイト粒子粉末(平均長軸径0.248 $\mu\text{m}$ 、平均短軸径0.0306 $\mu\text{m}$ 、軸比8.1、BET比表面積値( $S_{\text{BET}}$ )86.5 $\text{m}^2/\text{g}$ 、密度化の程度 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEX}}$ 値3.24、長軸径の幾何標準偏差値1.53、全アルカリ含有量(Na換算量とK換算量の総和)113ppm及び可溶性ナトリウム塩(Na換算)21ppm)1500gを水中に懸濁させてスラリーとし、焼結防止剤としてリン酸15gを加えた後、常法によって濾別、水洗、乾燥、粉碎を行い、リン化合物が粒子表面に被覆されている針状ゲータイト粒子粉末を得た。針状ゲータイト粒子粉末に含まれるリン化合物はP換算で0.32重量%であった。

【0185】得られた針状ゲータイト粒子粉末1300

gをセラミック製の回転炉に投入し、回転駆動させながら空气中650℃で30分間加熱酸化処理を行って、針状ヘマタイト粒子を得た。得られた針状ヘマタイト粒子は、平均長軸径0.236 $\mu\text{m}$ 、平均短軸径0.0311 $\mu\text{m}$ 、軸比7.8、BET比表面積値( $S_{\text{BET}}$ )40.8 $\text{m}^2/\text{g}$ 、 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEX}}$ 値1.54、長軸径の幾何標準偏差値1.37、全アルカリ含有量(Na換算量とK換算量の総和)102ppm、可溶性ナトリウム塩(Na換算)21ppm、高温高湿下における保存性(可溶性ナトリウム塩)(Na換算)98ppm及びリン化合物の含有量(P換算)0.35重量%であった。  
【0186】比較例14

硫酸第一鉄水溶液と炭酸ナトリウム水溶液とを用いて得られた針状ゲータイト粒子粉末(平均長軸径0.236 $\mu\text{m}$ 、平均短軸径0.0300 $\mu\text{m}$ 、軸比7.9、BET比表面積値( $S_{\text{BET}}$ )93.1 $\text{m}^2/\text{g}$ 、密度化の程度 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEX}}$ 値3.41、長軸径の幾何標準偏差値1.37、全ナトリウム含有量(Na換算)1912ppm及び可溶性ナトリウム塩(Na換算)296ppm)1500gを水中に懸濁させてスラリーとし、焼結防止剤としてリン酸20gを加えた後、常法によって濾別し、純水を通水して濾液の電導度が1 $\mu\text{S}$ 以下になるまで水洗した後、乾燥、粉碎を行い、リン化合物が粒子表面に被覆されている針状ゲータイト粒子粉末を得た。針状ゲータイト粒子粉末に含まれるリン化合物はP換算で0.41重量%であった。

【0187】得られた針状ゲータイト粒子粉末1300gをセラミック製の回転炉に投入し、回転駆動させながら空气中700℃で30分間加熱酸化処理を行って、針状ヘマタイトを得た。得られた針状ヘマタイト粒子は、平均長軸径0.206 $\mu\text{m}$ 、平均短軸径0.0309 $\mu\text{m}$ 、軸比6.7、BET比表面積値( $S_{\text{BET}}$ )41.1 $\text{m}^2/\text{g}$ 、 $S_{\text{BET}}/S_{\text{TEX}}$ 値1.54、長軸径の幾何標準偏差値1.38、全アルカリ含有量(Na換算量とK換算量の総和)1480ppm、可溶性ナトリウム塩(Na換算)116ppm、高温高湿下における保存性(可溶性ナトリウム塩)(Na換算)388ppm及びリン化合物の含有量(P換算)0.48重量%であった。

#### 【0188】<非磁性下地層の製造>

実施例9～16及び比較例15～24

針状ヘマタイト粒子粉末の種類を種々変化した以外は、前記本発明の実施の形態と同様にして非磁性下地層を得た。

【0189】この時の主要製造条件及び諸特性を表14に示す。

【0190】

【表14】

実施例	非磁性塗料の製造		非磁性塗料	非磁性下地層の特性				
	針状ヘマ タイト粒子 の種類	粉末/ 樹脂の 重量比 (-)		膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	光沢度 (%)	光沢度の 変化率 (%)	Ra ( $\mu\text{m}$ )	ヤング率 (相対値)
実施例9	実施例1	5.0	384	3.5	198	1.4	6.0	135
# 10	# 2	5.0	410	3.5	208	3.2	5.8	135
# 11	# 3	5.0	384	3.4	201	0.9	6.2	135
# 12	# 4	5.0	307	3.4	198	1.5	6.4	138
# 13	# 5	5.0	333	3.5	204	2.1	6.0	136
# 14	# 6	5.0	410	3.5	211	3.6	5.8	137
# 15	# 7	5.0	333	3.4	206	1.6	5.8	138
# 16	# 8	5.0	282	3.5	208	2.0	5.8	141
比較例15	比較例1	5.0	23,040	3.8	121	21.4	38.4	110
# 16	# 5	5.0	3,072	3.6	68	14.8	58.8	93
# 17	# 6	5.0	768	3.5	32	11.0	71.2	70
# 18	# 7	5.0	20,480	4.1	72	23.9	46.6	81
# 19	# 8	5.0	640	3.5	173	11.2	14.8	111
# 20	# 9	5.0	410	3.5	101	14.2	18.2	96
# 21	# 10	5.0	1,024	3.7	86	22.6	38.2	93
# 22	# 12	5.0	384	3.5	189	10.1	8.6	125
# 23	# 13	5.0	287	3.5	168	10.6	14.6	121
# 24	# 14	5.0	205	3.5	172	12.9	13.8	121

【0191】＜磁気記録媒体の製造＞

実施例17～24及び比較例25～37

非磁性下地層の種類、磁性粒子粉末の種類を種々変化さ

せた以外は、前記本発明の実施の形態と同様にして磁気 30  
記録媒体を製造した。

【0192】尚、使用した磁性粒子M-1乃至M-3の  
諸特性を表15に示す。

【0193】

【表15】



磁性粒子	磁性粒子の種類	磁性粒子粉末の特性						
		平均 長軸径 ( $\mu\text{m}$ )	平均 短軸径 ( $\mu\text{m}$ )	幾何標準 偏差値 (—)	軸比 (—)	BET比 表面積値 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	保磁力 (Oe)	飽和磁化 ( $\text{emu/g}$ )
M-1	金属磁性粒子	0.135	0.0191	1.38	7.1	53.5	2,240	138.2
M-2	Baフェライト粒子 <sup>(*)</sup>	0.053	0.0160	1.21	3.3	58.2	2,510	52.6
M-3	Co被着マグネタイト粒子	0.180	0.0252	1.35	7.1	41.6	968	78.6

<sup>(\*)</sup> Baフェライトについては、板面径を平均長軸径、厚みを平均短軸径、板状比を軸比の欄に記入した。

【0194】この時の主要製造条件及び諸特性を表16乃至表17に示す。

【0195】実施例17、18及び比較例25～34の電磁変換特性は、基準テープとして比較例34の磁気テープを用いた。

【0196】実施例19及び20の電磁変換特性は、基準テープとして比較例35の磁気テープを用いた。

【0197】実施例21及び22の電磁変換特性は、基準テープとして比較例36の磁気テープを用いた。

10 【0198】実施例23及び24の電磁変換特性は、基準テープとして比較例37の磁気テープを用いた。

【0199】

〔表16〕

実施例	磁気記録媒体の製造				磁気記録媒体の特性										電磁変換特性の 下がり幅*4)	
	非磁性 下地層 の種類	磁性粒子粉末 の種類	粉末/ 樹脂の 重量比 (—)	磁気記 録層の 膜厚 (μm)	保磁力 (Oe)	Br/Bm	光沢度 (%)	Ra (nm)	ヤング 率 (相対値)	テーブ ヘッド の汚れ 具合	電磁変換特性					
											4MHz (dB)	7MHz (dB)	4MHz (dB)	7MHz (dB)		
実施例17	実施例9	実施の形態の項 に記載の粒子		5.0	1.1	1,990	0.87	238	5.7	137	1	—	+1.2	—	—	0.2
# 18	# 10	#		5.0	1.0	1,996	0.87	241	5.6	135	2	—	+1.3	—	—	0.1
# 19	# 11	M-1		5.0	1.0	2,310	0.88	235	5.2	138	2	—	+2.8	—	—	0.3
# 20	# 12	#		5.0	1.0	2,323	0.89	239	5.3	139	1	—	+2.6	—	—	0.4
# 21	# 13	M-2		5.0	1.1	2,566	0.86	266	4.8	136	1	—	+2.1	—	—	0.3
# 22	# 14	#		5.0	1.0	2,532	0.86	258	5.0	136	1	—	+2.8	—	—	0.5
# 23	# 15	M-3		5.0	1.1	1,042	0.90	183	5.2	143	1	+2.6	—	—	0.1	—
# 24	# 16	#		5.0	1.0	1,052	0.91	188	5.6	140	1	+3.1	—	—	0.1	—

\*4) 温度60℃、相対湿度90%の環境下、4日間保存後の磁気テープの電磁変換特性の下がり幅

\*4) 温度60℃、相対湿度90%の環境下14日間保存後の磁気テープの電磁変換特性の下がり幅

〔表17〕

比較例	磁気記録媒体の製造			磁気記録媒体の特性										
	非磁性 下地層 の種類	磁性粒子粉末 の種類	粉末/ 樹脂の 重量比 (—)	磁気記 録層の 厚さ ( $\mu\text{m}$ )	保磁力 (Oe)	Dr/Bm (—)	充満度 (%)	Ra (nm)	ヤング 率 (相対値)	テープヘッ ドの汚れ 具合 (—)	電磁変換特性			
比較例25	比較例15	変換の形態の項 に記載の粒子	5.0	1.3	1,921	0.78	186	13.8	113	3	4MHz (dB)	7MHz (dB)	4MHz (dB)	7MHz (dB)
#26	#16	"	5.0	1.4	1,930	0.77	132	32.8	98	4	—	-3.8	—	1.8
#27	#17	"	5.0	1.1	1,968	0.82	116	41.6	81	4	—	-4.1	—	1.6
#28	#18	"	5.0	1.3	1,932	0.80	121	38.8	93	4	—	-3.6	—	1.9
#29	#19	"	5.0	1.0	1,978	0.84	204	8.2	115	3	—	-0.8	—	2.3
#30	#20	"	5.0	1.1	1,966	0.81	176	16.6	100	4	—	-1.8	—	2.0
#31	#21	"	5.0	1.3	1,960	0.79	156	25.8	96	4	—	-2.2	—	2.2
#32	#23	"	5.0	1.1	1,967	0.84	180	11.2	124	3	—	-1.6	—	1.3
#33	#24	"	5.0	1.0	1,970	0.84	184	11.0	124	3	—	-2.0	—	1.2
#34	#22	"	5.0	1.1	1,976	0.84	215	9.6	128	3	—	(0.0)	—	1.6
#35	#22	M-1	5.0	1.0	2,295	0.83	208	11.2	127	3	—	(0.0)	—	1.8
#36	#22	M-2	5.0	1.1	2,537	0.80	199	16.8	123	3	—	(0.0)	—	1.6
#37	#22	M-3	5.0	1.0	1,021	0.85	201	8.8	133	3	(0.0)	—	1.2	—

\*4) 温度60℃、相対湿度90%の環境下14日間保存後の磁気テープの電磁変換特性の下がり幅

## 【0201】

【発明の効果】本発明に係る磁気記録媒体の非磁性下地層用針状ヘマタイト粒子粉末は、前出実施例に示した通り、ビヒクル中への分散が優れていることに起因して、非磁性下地層の表面平滑性と強度を向上させることができ、当該非磁性下地層の上に磁気記録層を設けた場合に、磁気記録層表面を平滑で厚みむらのない薄膜にすることができるとともに、電磁変換特性及び保存安定性に優れた磁気記録媒体を得ることができるので、磁気記録

媒体の非磁性下地層用非磁性粒子粉末として好適である。

【0202】本発明に係る磁気記録媒体は、粒子中に含まれる全ナトリウム含有量がNa換算で50ppm以下である保存安定性に優れた針状ヘマタイト粒子を非磁性下地層用非磁性粒子として用いることに起因して、電磁変換特性及び保存安定性に優れるため、高密度記録用磁気記録媒体として好適である。

フロントページの続き

(72)発明者 森井 弘子  
広島県広島市中区舟入南4丁目1番2号戸  
田工業株式会社創造センター内

F ターム(参考) 4G002 AA03 AA04 AA06 AA12 AB02  
AB05 AD01 AE03  
5D006 CA01 CA04 FA00 FA09